

ANO 2022 rev00

1. Introdução:

O Instituto Agronômico está organizando o ensaio de proficiência - PEP IAC de amostras de insumos agrícolas -Ano 2022. Neste protocolo estão descritas todas as atividades relacionadas a este PEP-IAC.

Todos as atividades estão sendo organizadas e executadas pelo próprio IAC sem a subcontratação de qualquer outra organização, exceto o uso dos Correios para envio das amostras.

As Comparações interlaboratoriais são amplamente utilizadas para vários propósitos e seu uso vem crescendo internacionalmente. Propósitos típicos para comparações interlaboratoriais incluem:

- a) avaliação do desempenho de laboratórios para ensaios e monitoramento do desempenho contínuo de laboratórios;
- b) identificação de problemas em laboratórios e início de ações de melhoria que podem estar relacionadas, por exemplo, a ensaios, à efetividade do treinamento da equipe e supervisão ou calibração de equipamentos;
- c) estabelecimento da efetividade e comparabilidade de métodos de ensaio ou métodos de medição;
- d) provimento de confiança adicional aos clientes do laboratório;
- e) identificação de diferenças interlaboratoriais.
- f) educação de laboratórios participantes baseada em resultados das comparações interlaboratoriais;
- g) validação da incerteza declarada.

2. Coordenação:

Programa de Ensaio de proficiência do Instituto Agronômico para amostras de insumos agrícolas (PEP-IAC-Insumos)

Coordenação e Contato: Mônica Ferreira de Abreu
e-mail: monica.abreu@sp.gov.br
telefone: 19-21370753

3. Itens de ensaio (tipos de matrizes de insumos agrícolas):

- Fertilizante Mineral
- Fertilizante orgânico
- Calcário
- Substrato para plantas
- Condicionador de solo
- Vinhaça
- Resíduo Sólido

Até o ano de 2020, um dos insumos utilizados neste EP era o lodo de esgoto, no entanto com a Lei 12305 de 2 de agosto de 2010, que institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos, optou-se por utilizar a partir do ano passado, a nomenclatura de **Resíduo Sólido** e não mais de Lodo de Esgoto. No artigo 3º e item XVI da Lei 12305, fica definido que resíduo sólido é: material, substância, objeto ou bem descartado resultante de atividades humanas em sociedade. E podem ser classificados quanto a sua origem: resíduos domiciliares, resíduos de limpeza urbana e resíduos sólidos urbanos ou quanto a sua periculosidade: perigosos e não perigosos. Neste EP deve empregar apenas os resíduos sólidos de diferentes origens e não perigosos que podem ser utilizados na agricultura e pode ou não incluir o lodo de esgoto.

4. Critérios para participação:

Poderão participar do EP laboratórios de análise públicos ou privados, que realizam análises na rotina de qualquer um dos insumos agrícolas citados acima, a participação é voluntária, podendo o laboratório desligar-se a qualquer momento, com aviso prévio. Em caso de desistência após o pagamento da taxa de inscrição, não haverá reembolso.

Os laboratórios participantes pagarão uma taxa anual no valor de **R\$ 700,00 para até 3 matrizes** (por exemplo os 3 insumos agrícolas: fertilizante mineral, fertilizante orgânico e calcário), para 4 ou mais tipos de matrizes de insumos agrícolas diferentes o valor será de **R\$ 950,00 (≥ 4 insumos agrícolas)**, tudo isto independentemente de quantos parâmetros serão determinados e reportados. Será enviado um boleto para pagamento e a nota fiscal feita pela FUNDAG, CNPJ: 61705380/0001-54. No caso do não pagamento da anuidade os resultados do laboratório não serão inseridos no relatório de resultados ao final do programa. Os laboratórios deverão determinar e reportar qualquer um dos parâmetros para cada amostra de insumo agrícola utilizando as metodologias descritas na **Tabela 1. Caso não sejam utilizados os métodos da tabela 1, os resultados não serão utilizados para determinação do valor designado a partir do consenso dos laboratórios participantes.**

Inscrição: Os laboratórios interessados favor preencher o **formulário de inscrição** no anexo ou disponível no site do EP (epinsumos.com.br), não esquecendo de colocar quais os insumos que está interessado e após preencher e assinar, favor enviá-lo, depois de digitalizado, no e-mail da coordenação do EP: **monica.abreu@sp.gov.br**.

Para participar do ano vigente, o laboratório deverá se inscrever até **31 de maio**.
Estão previstas as participações de 100 laboratórios no máximo.

5. Itens de EP (Amostras):

As amostras de insumos que serão encaminhadas já se encontram prontas para as análises, não havendo necessidade de preparo. Exceto as amostras de Substrato para plantas e condicionador de solo para a determinação da capacidade de troca de cátions (CTC).

Cada tipo de insumo será preparado da seguinte forma:

- Amostras de resíduo sólido e fertilizante orgânico serão secadas em estufa de ventilação forçada entre 60-65°C até umidade menor que 4% m/m. Passadas no moinho tipo Wiley e em peneiras com cerca de 0,5 mm de abertura.

- A amostra de fertilizante mineral deverá ser moída totalmente em liquidificador e passada em peneira de cerca de 0,84 mm de abertura.
- A amostra de calcário será secada entre 100-110°C até umidade menor que 4%*m/m*. Depois disto será moída em liquidificador e passada em peneira de cerca de 300µm (0,3mm) de abertura.
- As amostras de substrato para plantas e condicionador de solo serão secadas ao ar, até ficar com umidade menor que 20%*m/m*.
- A amostra de vinhaça será coletada diretamente na torre de destilação de uma usina e será autoclavada e armazenada em geladeira até o momento da embalagem.

As amostras deverão ser analisadas como amostras de rotina do laboratório.

O envio das amostras será feito por meio dos Correios usando Sedex, e serão comunicados por e-mail. Nesta comunicação é solicitado ao participante que não receberem as amostras, comunique a gerência do EP por e-mail ou telefone. Caso haja alguma ocorrência no processo de entrega, devolução, roubo ou extravio, a coordenação do PEP-IAC tomará providências imediatamente e um novo pacote com as amostras é encaminhado por SEDEX.

Os itens de ensaio referentes a este EP não oferecem risco aos participantes, no entanto recomenda-se o uso de EPI. O manuseio e o descarte dos itens de ensaio são de responsabilidade do laboratório participante.

6. Métodos de Ensaio

O laboratório deverá seguir os métodos oficiais do MAPA para as amostras de fertilizante mineral, fertilizante orgânico, calcário, substrato para plantas e condicionador de solo, e, os métodos sugeridos pelo CONAMA 498 e Cetesb P4230 para análise de resíduo sólido e vinhaça, respectivamente. A relação dos métodos está descrita na **Tabela 1**.

No caso específico dos métodos de análise do MAPA, há a necessidade de se conhecer as garantias para o correto desenvolvimento dos métodos, minimizando assim os possíveis erros analíticos. Para tanto, serão encaminhadas as garantias ou uma faixa quando pertinentes, porém os resultados podem não ser exatamente estes valores indicados.

Os laboratórios devem sempre ter uma sistemática de trabalho bem compreendida nas Boas Práticas Analíticas, as quais são requisitos indispensáveis para o correto desenvolvimento dos trabalhos e devem ser atendidas, visando a precisão, exatidão e confiabilidade dos resultados.

7. Homogeneidade e Estabilidade

A homogeneidade e estabilidade serão avaliadas de acordo com a norma ISO 13528:2015

8. Resultados

Os resultados analíticos serão expressos nas unidades descritas na **Tabela 1** e fica também estabelecido o número de casa decimal máximo para cada determinação analítica.

Cada laboratório se comprometerá a analisar quais dos parâmetros para o insumo solicitado e recebido, e deverá enviar os resultados analíticos de acordo com o cronograma preestabelecido na **Tabela 2**.

7.1 Envio dos resultados

O envio dos resultados para a Coordenação do EP deverá ser feito eletronicamente, por meio do site do Programa na Internet <http://www.epinsumos.com.br>. Para isso, cada laboratório receberá um número, e uma senha exclusiva, que será encaminhada ao responsável pelo laboratório.

Em qualquer momento, a Coordenação do EP poderá solicitar, ao participante, os dados brutos dos resultados de ensaios apresentados para dirimir quaisquer dúvidas sobre os procedimentos de ensaio utilizados ou quando houver suspeita de conluio.

7.2 Confidencialidade

Todos os resultados e avaliação de desempenho dos participantes são reportados no relatório por meio deste código único, sem a identificação do participante, que garante a confidencialidade dos seus dados. O laboratório participante deverá manter a confidencialidade em relação ao código e não o divulgar a terceiros.

Os resultados obtidos na avaliação de desempenho poderão ser usados em publicações, palestras, congressos etc. pelo provedor, sempre mantendo a confidencialidade da identificação do participante.

9. Método estatístico

Quando o número de participantes for $p > 12$, após o tratamento de outliers, o valor designado (x_{pt}) e desvio padrão utilizado na proficiência (σ_{pt}) serão estimados por consenso, empregando a média (x^*) e o desvio padrão (s^*) obtidos pelo Algoritmo A, que fornece valores robustos para estas estimativas.

Para avaliar o desempenho dos participantes será utilizado o z-score ou o z'-score; calculado pelo valor designado e o desvio padrão robusto e, quando pertinente, a estimativa da incerteza.

Vale ressaltar que se não for atingido o número mínimo de 12 participantes com resultados sem outliers para um determinado ensaio em um insumo, não será avaliado o desempenho relacionado ao ensaio.

10. Relatório

O relatório final será disponibilizado aos participantes na “área do participante” no site do EP, em formato pdf e de acordo com o cronograma da **Tabela 2**.

Com relação ao desempenho dos participantes, será avaliado para os ensaios em que houver mais de 12 participantes, com resultados sem outliers, encaminhados à Coordenação do EP. Caso, contrário, não será emitida a avaliação de desempenho para o ensaio, por não ser possível realizar uma avaliação estatística adequada.

No relatório será colocada uma lista contendo o nome de cada participante do EP no ano, caso o laboratório não deseje que seu nome seja divulgado, deverá encaminhar ao coordenador uma solicitação de retirada do nome por e-mail, antes da publicação do relatório.

Após a emissão do relatório final será emitido um certificado de participação por e-mail a todos os laboratórios participantes.

A divulgação do relatório ou dos certificados são de inteira responsabilidade dos participantes, que poderão demonstrar seu desempenho aos interessados.

O relatório poderá ser divulgado ao público em geral e os dados resultantes poderão ser apresentados em trabalhos científicos e apresentação em congressos da área; e ainda poderão ser utilizados para a produção de materiais de referência certificados.

10.1 Contestação

Após o recebimento do relatório, os participantes terão um prazo de 15 dias para revisá-lo e fazer as considerações e contestações pertinentes por e-mail à coordenação do PEP. A coordenação, por sua vez, analisará a pertinência das considerações e contestações e emitirá uma revisão do relatório, caso haja alterações.

10.2 Conluio

O PEP-IAC estimula os participantes a denunciarem tentativas de fraude ou conluio entre laboratórios participantes.

Caso haja suspeita de conluio ou falsificação, a coordenação do EP-IAC comunicará a todos os participantes dando oportunidade aos interessados de se manifestarem. Se confirmada a suspeita, o laboratório pode ser desclassificado do PEP.

11. Aceitação final

Caso haja alguma modificação de condições ou requisitos desta proposta de programa de ensaio de proficiência, será elaborada uma revisão deste protocolo será enviado aos participantes inscritos por e-mail. O aceite da revisão do protocolo deverá ser efetuado por e-mail à Coordenação do EP. A não formalização do aceite dentro de, no máximo 05 dias da emissão do e-mail será considerada como aceite da revisão da proposta.

Aceitação: Ao assinar a ficha de inscrição, o participante concorda com todas as informações descritas neste Protocolo para Participação

Tabela 1: Parâmetros mínimos para o insumo agrícola a serem analisados e os respectivos métodos, faixa de valores, casa decimal do resultado e unidades

| Matriz do Insumo Agrícola | Parâmetro | Método de referência ⁽¹⁾ | Faixa de valores | Casa decimal | Unidade |
|--|--|--|------------------|--------------|---------|
| MAPA 2017 - Manual de métodos analíticos oficiais para fertilizantes e corretivos | | | | | |
| Fertilizante Mineral | N-Total Raney | Cap I - Item C.1.3 | 0-20 | duas | % m/m |
| | P ₂ O ₅ -solúvel em CNA+água | Cap. I, item C.2.2 | 0-20 | duas | % m/m |
| | K ₂ O-solúvel em água | Cap. I, item C.7.1.2 | 0-20 | duas | % m/m |
| | Ca | Cap. I, item C.8.2 | 0-10 | duas | % m/m |
| | Mg | Cap. I, item C.8.3 | 0-10 | duas | % m/m |
| | S | Cap. I, item C.9.4.2 | 0-10 | duas | % m/m |
| Fertilizante Mineral Contaminantes SDA IN24/2007 | Cádmio (Cd) | United State environment Protection Agency - U.S.EPA: Método 3050-B: 'Acid digestion of sediments, sludges, and soils'; Método 3051: 'Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils and oils'; Método 7000A - 'Atomic Absorption Methods' | 0-20,00 | duas | mg/kg |
| | Cromo (Cr) | | 0-100,00 | duas | mg/kg |
| Fertilizante Orgânico | Carb Orgânico | Cap III – Item E.13 | 0-20 | duas | % m/m |
| | N-Total Macro-Raney | Cap III – Item E.1.1 | 0-10 | duas | % m/m |
| | P ₂ O ₅ -total | Cap III – Item E.2 | 0-20 | duas | % m/m |
| | K ₂ O-solúvel em água | Cap III – Item E.6 | 0-20 | duas | % m/m |
| | Ca | Cap III – Item E.7.2 | 0-30 | duas | % m/m |
| MAPA 2017 - Manual de métodos analíticos oficiais para fertilizantes e corretivos | | | | | |
| Corretivo agrícola para acidez | PN | Cap. V, item C.1 | 0-100 | duas | % m/m |
| | CaO | Cap. V, item C.2 (titulação) | 0-100 | duas | % m/m |
| | MgO | Cap. V, item C.2 (titulação) | 0-100 | duas | % m/m |
| | Cd | Cap. V, item C.5 | 0-10 | duas | mg/kg |
| | Pb | Cap. V, item C.5 | 0-20 | duas | mg/kg |
| Resíduo Sólido | Carbono orgânico | Manual MAPA 2017- Cap III – Item E.13 | 0-100 | duas | % m/m |
| | pH | USEPA-SW-846-9045C ou Andrade e Abreu, cap9, 2006 | 0-14 | duas | ---- |
| Norma Cetesb P-4230 ou CONAMA 375 – Anexo II | Nitrogênio total ou Nitrogênio Kjeldahl | Andrade e Abreu, cap9, 2006 | 0-100 | duas | g/kg |
| | Cobre | USEPA-SW-846-3050 ou 3051 | 0-1000 | duas | mg/kg |
| | Cromo total | USEPA-SW-846-3050 ou 3051 | 0-1000 | duas | mg/kg |
| | Manganês | USEPA-SW-846-3050 ou 3051 | 0-1000 | duas | mg/kg |

Tabela 1 continuação: Parâmetros para o insumo agrícola a serem analisados e os respectivos métodos, faixa de valores, casa decimal do resultado e unidades

| Matriz do Insumo Agrícola | Parâmetro | Método de referência ⁽¹⁾ | Faixa de valores | Casa decimal | Unidade |
|--|-------------------------------|-------------------------------------|------------------|--------------|--------------------|
| Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 23th Edition | | | | | |
| Vinhaça | pH | Método 4500-B H+. | 0-14 | duas | ---- |
| | Condutividade Elétrica | Método 2510 B. | 0-20 | duas | dS/m (mS/cm) |
| Norma Cetesb | Nitrogênio Total - N Kjeldhal | Método 4500-Norg C. | 0-10000 | duas | mg/L |
| | Potássio - K+ | Método 3030-H | 0-10000 | duas | mg/L |
| | Sódio - Na+ | Método 3111-B ou 3120. | 0-1000 | duas | mg/L |
| Instrução normativa do SDA-MAPA publicada no DO União | | | | | |
| Substrato para plantas | Densidade Seca | IN 31/2008, Item 3.1.2 | 0-1000 | duas | kg/dm ³ |
| | CRA 10 hPa ou 10cm | IN 31/2008, Item 4.1 | 0-100 | duas | % m/m |
| IN 05/2016 | pH | IN 17/2007, Item 5 | 0-14 | duas | ---- |
| | CE | IN 17/2007, Item 6 | 0-10 | duas | dS/m |
| | CTC | IN 17/2007, Item 7 | 0-1000 | duas | mmolc/kg |
| Instrução normativa do SDA-MAPA publicada no DO União | | | | | |
| Condicionador de solo | CRA 10 hPa ou 10cm | IN 31/2008, Item 4.1 | 0-100 | duas | % m/m |
| IN 35/2006 | CTC | IN 17/2007, Item 7 | 0-1000 | duas | mmolc/kg |

Tabela 2: Cronograma de envio de dados ao EP-IAC-Insumos e do relatório

| CRONOGRAMA EP-IAC-INSUMOS – 2022 | |
|---|--|
| Evento | Data máxima |
| Recebimento das fichas de inscrição | 31 de maio de 2022 |
| Recebimento de pagamento da anuidade | 31 de agosto de 2022 |
| Estudo de homogeneidade | 01 de abril a 30 de setembro de 2022 |
| Envio dos itens de ensaio | 30 de setembro de 2022 |
| Envio dos resultados pelos laboratórios no site do EP | 30 de novembro de 2022 |
| Estudo da estabilidade | 01 a 30 de novembro de 2022 |
| Análise estatística dos dados e resultados | 01 de dezembro de 2022 a 20 de fevereiro de 2023 |
| Emissão do relatório final | 20 de fevereiro de 2023 |
| Prazo para apelações | 07 de março de 2023 |

Mônica Ferreira de Abreu
Coordenadora
PEP-IAC-Insumos